



## DEMANDE INTERNATIONALE PUBLIÉE EN VERTU DU TRAITE DE COOPERATION EN MATIÈRE DE BREVETS (PCT)

<b>(51) Classification internationale des brevets <sup>7</sup> :</b> <b>A23B 7/154</b>	<b>A1</b>	<b>(11) Numéro de publication internationale:</b> <b>WO 00/32054</b> <b>(43) Date de publication internationale:</b> 8 juin 2000 (08.06.00)
<b>(21) Numéro de la demande internationale:</b> PCT/FR99/03008 <b>(22) Date de dépôt international:</b> 3 décembre 1999 (03.12.99) <b>(30) Données relatives à la priorité:</b> 98/15305 3 décembre 1998 (03.12.98) FR <b>(71) Déposant (pour tous les Etats désignés sauf US):</b> XEDA INTERNATIONAL [FR/FR]; R.N. 7, Zone Artisanale No. 2, F-13670 Saint-Andiol (FR). <b>(72) Inventeurs; et</b> <b>(75) Inventeurs/Déposants (US seulement):</b> BOMPEIX, Gilbert [FR/FR]; 11, boulevard Delassart, F-75011 Paris (FR). SARDO, Alberto [FR/FR]; 17, Montée des Tours, F-13160 Châteaurenard (FR). <b>(74) Mandataire:</b> MONCHENY, Michel; Cabinet Lavoix, 2, place d'Estiennes d'Orves, F-75441 Paris Cedex 09 (FR).		<b>(81) Etats désignés:</b> AE, AL, AM, AT, AU, AZ, BA, BB, BG, BR, BY, CA, CH, CN, CR, CU, CZ, DE, DK, DM, EE, ES, FI, GB, GD, GE, GH, GM, HR, HU, ID, IL, IN, IS, JP, KE, KG, KP, KR, KZ, LC, LK, LR, LS, LT, LU, LV, MA, MD, MG, MK, MN, MW, MX, NO, NZ, PL, PT, RO, RU, SD, SE, SG, SI, SK, SL, TJ, TM, TR, TT, UA, UG, US, UZ, VN, YU, ZA, ZW, brevet ARIPO (GH, GM, KE, LS, MW, SD, SL, SZ, TZ, UG, ZW), brevet eurasien (AM, AZ, BY, KG, KZ, MD, RU, TJ, TM), brevet européen (AT, BE, CH, CY, DE, DK, ES, FI, FR, GB, GR, IE, IT, LU, MC, NL, PT, SE), brevet OAPI (BF, BJ, CF, CG, CI, CM, GA, GN, GW, ML, MR, NE, SN, TD, TG).  <b>Publiée</b> <i>Avec rapport de recherche internationale.</i>
<b>(54) Title:</b> ANTI-GERMINATING METHOD FOR TUBERS AND BULBS USING EUGENOL AND/OR ISOEUGENOL <b>(54) Titre:</b> PROCEDE ANTI-GERMINATIF DE TUBERCULES OU DE BULBES UTILISANT L'EUGENOL ET/OU L'ISOEUGENOL <b>(57) Abstract</b> <p>The invention concerns an anti-germinating method for tubers and bulbs consisting in applying on said tubers and bulbs a treatment composition based on an active principle selected among eugenol, a eugenol salt fit for human consumption, isoeugenol, an isoeugenol salt fit for human consumption and their mixtures. The invention also concerns the use of a composition based on an active principle selected among eugenol, a eugenol salt fit for human consumption, isoeugenol, an isoeugenol salt fit for human consumption and their mixtures as anti-germinating agent.</p> <b>(57) Abrégé</b> <p>L'invention concerne un procédé anti-germinatif de tubercules et de bulbes comprenant l'application auxdits tubercules et bulbes d'une composition traitante à base d'un principe actif choisi parmi l'eugénol, un sel de l'eugénol acceptable sur le plan alimentaire, l'isoeugénol, un sel de l'isoeugénol acceptable sur le plan alimentaire et leurs mélanges. Selon un autre de ses aspects, l'invention concerne l'utilisation d'une composition à base d'un principe actif choisi parmi l'eugénol, un sel de l'eugénol acceptable sur le plan alimentaire, l'isoeugénol, un sel de l'isoeugénol acceptable sur le plan alimentaire et leurs mélanges, comme anti-germinatif.</p>		

# **UNIQUEMENT A TITRE D'INFORMATION**

Codes utilisés pour identifier les Etats parties au PCT, sur les pages de couverture des brochures publiant des demandes internationales en vertu du PCT.

AL	Albanie	ES	Espagne	LS	Lesotho	SI	Slovénie
AM	Arménie	FI	Finlande	LT	Lituanie	SK	Slovaquie
AT	Autriche	FR	France	LU	Luxembourg	SN	Sénégal
AU	Australie	GA	Gabon	LV	Lettonie	SZ	Swaziland
AZ	Azerbaïdjan	GB	Royaume-Uni	MC	Monaco	TD	Tchad
BA	Bosnie-Herzégovine	GE	Géorgie	MD	République de Moldova	TG	Togo
BB	Barbade	GH	Ghana	MG	Madagascar	TJ	Tadjikistan
BE	Belgique	GN	Guinée	MK	Ex-République yougoslave de Macédoine	TM	Turkménistan
BF	Burkina Faso	GR	Grèce	ML	Mali	TR	Turquie
BG	Bulgarie	HU	Hongrie	MN	Mongolie	TT	Trinité-et-Tobago
BJ	Bénin	IE	Irlande	MR	Mauritanie	UA	Ukraine
BR	Brésil	IL	Israël	MW	Malawi	UG	Ouganda
BY	Bélarus	IS	Islande	MX	Mexique	US	Etats-Unis d'Amérique
CA	Canada	IT	Italie	NE	Niger	UZ	Ouzbékistan
CF	République centrafricaine	JP	Japon	NL	Pays-Bas	VN	Viet Nam
CG	Congo	KE	Kenya	NO	Norvège	YU	Yougoslavie
CH	Suisse	KG	Kirghizistan	NZ	Nouvelle-Zélande	ZW	Zimbabwe
CI	Côte d'Ivoire	KP	République populaire démocratique de Corée	PL	Pologne		
CM	Cameroun	KR	République de Corée	PT	Portugal		
CN	Chine	KZ	Kazakstan	RO	Roumanie		
CU	Cuba	LC	Sainte-Lucie	RU	Fédération de Russie		
CZ	République tchèque	LI	Liechtenstein	SD	Soudan		
DE	Allemagne	LK	Sri Lanka	SE	Suède		
DK	Danemark	LR	Libéria	SG	Singapour		
EE	Estonie						

## PROCÉDE ANTI-GERMINATIF DE TUBERCULES OU DE BULBES UTILISANT L'EUGÉNOL ET/OU L'ISOEUGÉNOL

5

L'invention concerne un procédé anti-germinatif de tubercules et de bulbes par application auxdits tubercules et bulbes d'une composition traitante à base d'eugénol ou d'isoeugénol. Ce procédé est notamment approprié au traitement des bulbes d'oignons et des tubercules de pommes de terre.

10

Après la récolte des pommes de terre ou autres tubercules, celles-ci sont conservées à des températures de l'ordre de 20 à 30° C pendant environ 10 jours afin de durcir leur couche péridermique ou "peau", puis progressivement refroidies jusqu'à leur température de conservation qui est d'environ 10° C, généralement entre 7 et 10° C.

15

Pendant les premier et deuxième mois suivant leur récolte, les tubercules restent à l'état de repos et présentent peu de tendance à la germination.

Cependant, avant la fin de cette période, les tubercules doivent être traitées chimiquement afin d'inhiber la germination qui serait responsable d'effets néfastes, tels qu'une perte de poids frais, une conservation de l'amidon en surcres et une diminution de la qualité des tubercules ainsi qu'une détérioration de leur apparence.

20

En outre, les germes ainsi que les tissus avoisinants contiennent des taux élevés de glycoalcaloïdes toxiques qui ne sont pas détruits au cours de la cuisson.

25

Les procédés de traitement anti-germinatifs les plus utilisés mettent en oeuvre des agents chimiques tels que le chloropopham (CIPC ; 1-méthyléthyl-3-chlorophénylcarbamate). Ces agents chimiques présentent des risques de toxicité élevés pour le consommateur, de sorte que les doses homologuées sont constamment réduites. De ce fait, la recherche s'est essentiellement portée sur la

30

mise au point de produits toujours plus efficaces.

Plus récemment, l'utilisation de terpènes tels que les  $\alpha$ - et  $\beta$ -pinènes, le limonène, l'eucalyptol, le safrol, le terpèneol et la l-carvone a été proposée dans le traitement anti-germinatif des tubercules et des bulbes : l'avantage de ces terpènes est leur absence de toxicité.

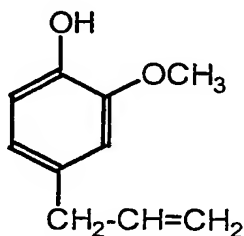
Ainsi, la demande WO 92/10934 concerne un procédé de traitement anti-germinatif consistant à appliquer sur les tubercules des monoterpènes choisis parmi le cinéole, la fenchone, le menthol et leurs mélanges.

Néanmoins, les terpènes étant moins efficaces que bon nombre de produits de synthèse, la recherche s'est portée sur la mise au point de procédés améliorés pour l'application de ces terpènes sur les tubercules et les bulbes.

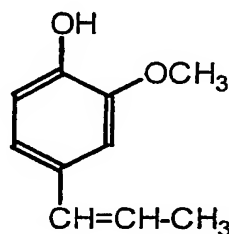
Ainsi, la demande FR 94 15 329 prescrit le traitement anti-germinatif de tubercules ou de bulbes, notamment de pommes de terre et oignons, par thermonébulisation d'une composition à base de l-carvone.

La présente demande révèle que, de façon surprenante, une famille réduite de terpènes présente une activité accrue permettant de lutter efficacement contre la germination des tubercules et des bulbes.

L'invention repose sur la découverte de l'efficacité inattendue de deux terpènes dioxycénés qui sont l'eugénol et l'isoeugénol de formules :



Eugénol



Isoeugénol

dans la protection des tubercules de pommes de terre et des bulbes d'oignons.

L'invention concerne plus précisément un procédé de traitement de tubercules et de bulbes comprenant l'application auxdits tubercules et bulbes d'une composition traitante à base d'un principe actif choisi parmi l'eugénol, un sel de l'eugénol acceptable sur le plan alimentaire, l'isoeugénol, un sel de l'isoeugénol acceptable sur le plan alimentaire et leurs mélanges.

Il doit être entendu que la composition traitante peut comporter, en plus du principe actif de type eugénol ou isoeugénol, un autre principe actif inhibant la germination des tubercules et des bulbes.

Le principe actif peut comprendre un sel de l'eugénol ou de l'isoeugénol acceptable sur le plan alimentaire. Des sels particulièrement préférés sont

notamment les sels de métaux alcalins tels que les sels de sodium, les sels de lithium et les sels de potassium.

Selon un mode de réalisation particulièrement préféré, le principe actif est l'eugénol, un sel de l'eugénol ou bien un mélange de ceux-ci.

5 La composition traitante peut être appliquée sur les tubercules et bulbes en utilisant l'une quelconque des méthodes connues dans la technique, et notamment par brossage, par immersion, par aspersion, par atomisation ou par douchage.

Les variantes A et B suivantes sont plus particulièrement préférées.

10

#### Variante A

Selon cette première variante, le procédé de traitement de l'invention comprend les étapes consistant à :

- 15 - porter à une température de 40 à 60°C une composition traitante contenant le principe actif dérivé de l'eugénol ou de l'isoeugénol; puis
- appliquer ladite composition traitante sur les tubercules et les bulbes par immersion ou douchage, l'immersion, respectivement le douchage étant poursuivi pendant un temps inférieur ou égal à 10 minutes.

20 La température à laquelle est chauffée la composition traitante est ajustée en fonction de la nature du produit traité. De fait, il importe de ne pas provoquer la dégradation des tubercules et des bulbes. Seule la surface des tubercules et des bulbes doit être chauffée par mise au contact avec la composition traitante. Selon un mode de réalisation préféré, la surface doit atteindre au moins 35°C, mieux encore au moins 40°C, par exemple entre 45 et 50°C.

25 De façon générale, on porte la composition traitante à une température comprise entre 40 et 60°C, et on ajuste parallèlement le temps de mise en contact de façon à atteindre la température souhaitée en surface des tubercules et des bulbes.

30 De manière préférée, la composition traitante est portée entre 45 et 55°C, mieux encore entre 48 et 52°C par exemple 50°C.

Le temps de mise en contact est très court et dans tous les cas inférieur à 10 minutes. Il varie généralement entre 30 secondes et 10 minutes, avantageusement entre 30 secondes et 5 minutes. Un temps de contact de 2 à 3 minutes est le plus souvent suffisant.

Lorsque la durée de traitement par la composition chaude est dépassée, il est mis fin à l'application par tous moyens connus, notamment par simple arrêt de l'aspersion ou du douchage.

5 Selon une variante avantageuse, le procédé peut comprendre une étape ultérieure consistant à refroidir rapidement les tubercules et les bulbes qui ont été mis au contact de la composition traitante chaude, et ce jusqu'à une température inférieure ou égale à la température ambiante.

10 Ce refroidissement peut être réalisé par circulation d'air ou par contact avec de l'eau (notamment immersion ou aspersion) dont la température est inférieure ou égale à la température ambiante.

De façon encore plus avantageuse, les tubercules et les bulbes sont préalablement refroidis avant de procéder au traitement à chaud par ladite composition traitante. Le refroidissement doit prendre effet au coeur même des tubercules et des bulbes. Les tubercules et bulbes sont par exemple soumis à un  
15 traitement par hydrocooling. Ceci peut être réalisé par douchage avec une composition aqueuse de refroidissement ou bien par immersion dans une composition aqueuse de refroidissement.

La température de la composition aqueuse de refroidissement est généralement comprise entre 0 et 15°C.

20 La température et le temps de prétraitement par la composition de refroidissement sont ajustés de façon à refroidir la totalité des tubercules et bulbes traités et pas seulement leur couche externe. A titre d'indication, on notera que la température de la composition de refroidissement est inférieure ou égale à la température conventionnelle de stockage préconisée dans la technique.

25 Selon un mode de réalisation préféré, la composition aqueuse de refroidissement présente une température de 0 à 10°C, mieux encore de 0 à 5-6°C. La durée de pré-traitement par la composition aqueuse de refroidissement est généralement comprise entre 2 minutes et 2 heures, le plus souvent entre 2 minutes et 60 minutes, par exemple entre 4 minutes et 30 minutes.

30 Cette variante est plus précisément décrite dans les demandes FR 96 03 100 et FR 98 08 995.

### Variante B

Selon cette seconde variante, la composition traitante à base du principe actif de type eugénol ou isoeugénol est appliquée par thermonébulisation.

La thermonébulisation est un procédé consistant à appliquer sur les tubercules et les bulbes un brouillard extrêmement fin (dont les gouttelettes ont une taille de l'ordre du micromètre), lequel est produit par injection d'un liquide dans un courant d'air chaud, qui sert de véhicule à ladite composition traitante. Le brouillard ainsi produit permet un enrobage homogène de chaque tubercule ou bulbe par le principe actif.

La thermonébulisation pourra avantageusement être mise en oeuvre par utilisation d'un appareil de thermonébulisation, tel que décrit dans FR 87 04 960 ou commercialisé sous la dénomination Electrofog Xeda<sup>R</sup>. Cette machine de thermonébulisation électrique est constituée d'un ventilateur haute pression, d'une résistance électrique et d'une pompe volumétrique garantissant une régularité stricte des caractéristiques du brouillard produit et une introduction très progressive de la composition traitante dans la chambre de stockage.

De manière classique, les conditions permettant d'obtenir une taille de gouttes de 0,5 à 10 microns, notamment de l'ordre du micron, caractéristiques d'un brouillard de thermonébulisation, comprennent le chauffage de l'air à une température de 400 à 650°C avant l'injection du liquide.

Selon l'invention, la température du brouillard à la sortie de l'appareil de thermonébulisation est avantageusement choisie entre 110 et 300°C, de préférence entre 150 et 260°C, par exemple entre 170 et 250°C.

La température de brouillard en sortie du thermonébulisateur est un paramètre de grande importance pour l'efficacité du traitement. Ainsi si la température de brouillard est trop faible, inférieure à 100°C, les particules de liquide sont mal dispersées dans le courant d'air chaud et se rassemblent en gouttelettes de taille trop grosse (plusieurs dizaines de micromètres) et l'enrobage des tubercules ou bulbes n'est pas satisfaisant. Si la température de brouillard est trop élevée, notamment supérieure à 300°C, les gouttelettes sont trop bien dispersées et trop fines (taille inférieure à 1 micromètre) et leur rapport surface/volume très important favorise l'évaporation du liquide à des températures proches du point d'ébullition de la matière active.

Cette variante est plus précisément décrite dans la demande FR 94 15 329.

La thermonébulisation est une méthode d'aspersion particulière. Selon l'invention, toute autre méthode d'aspersion peut être mise en oeuvre.

5 L'aspersion peut être continue ou intermittente au cours de la durée du stockage.

Lorsque l'aspersion est réalisée de façon répétée dans l'enceinte de stockage, le traitement est avantageusement renouvelé tous les 7 à 40 jours, de préférence 15 à 30 jours.

10 Selon un mode de réalisation particulièrement préféré, le principe actif est sous forme de sel ou d'un mélange de sels acceptables sur le plan alimentaire. Dans ce cas en effet, on observe une plus faible volatilité du principe actif. De cette façon, la durée de protection des tubercules et bulbes après application de la composition traitante se trouve prolongée.

15 Selon un mode de réalisation particulier, on ajoute à la composition traitante un ou plusieurs agents réduisant l'évaporation du principe actif. De tels agents sont connus dans la technique.

A titre d'exemple, on peut citer les polyterpènes dispersables dans l'eau; les esters de glycérol de la résine de pin; les gommes laques; les lécithines; les  
20 huiles siccatives; l'alcool polyvinylique; la polyvinylpyrrolidone; les polyacrylates de métaux alcalins; et la gomme arabique.

Les polymères de l'isoprène et le caoutchouc naturel sont des polyterpènes utilisables dans le cadre de l'invention.

25 Les esters de glycérol de la résine de pin sont des esters de l'acide abiétique.

Les gommes laques sont utilisables telles quelles ou sous forme purifiée comme la résine Shellac.

Les lécithines sont des mélanges de combinaisons d'esters des acides oléique, stéarique, palmitique avec l'acide glycérophosphorique et la choline.

30 L'alcool polyvinylique, la polyvinylpyrrolidone, les polyacrylates de métaux alcalins et la gomme arabique sont des résines synthétiques hydrosolubles qui fonctionnent également comme agent réduisant l'évaporation du principe actif.

Il doit être entendu cependant que l'invention n'est en aucun cas limitée à l'utilisation de ces résines hydrosolubles spécifiques mais que tout autre type de



résine hydrosoluble pourrait également convenir dès lors qu'elle est capable de réduire l'évaporation du principe actif.

Des exemples préférés d'huiles siccatives sont le linoléate de glycérol, l'acide linoléique et l'acide linolénique.

5 La composition peut contenir en outre des solvants et des tensioactifs variés.

Les tensioactifs préférablement utilisés dans le cadre de l'invention sont des tensioactifs anioniques ou non ioniques.

Des exemples de tensioactifs non-ioniques utilisables selon l'invention  
10 sont notamment :

- le produit de condensation d'un alcool gras aliphatique, de préférence en  $C_8-C_{22}$ , avec un oxyde d'alkylène en  $C_2-C_3$ . L'oxyde d'alkylène en  $C_2-C_3$  peut être l'oxyde d'éthylène, l'oxyde de propylène, ou bien un mélange d'oxyde d'éthylène et d'oxyde de propylène dans des proportions quelconques. Un exemple de tels  
15 tensioactifs est le produit de condensation de l'alcool laurylique (ou alcool n-dodécyclique) avec 30 moles d'oxyde d'éthylène;

- le produit de condensation d'un alkylphénol dans lequel la chaîne alkyle est en  $C_8-C_{22}$  avec un oxyde d'alkylène en  $C_2-C_3$ . Là encore, les produits de condensation avec l'oxyde d'éthylène, l'oxyde de propylène ou bien un mélange  
20 d'oxyde d'éthylène et l'oxyde de propylène dans des proportions quelconques sont également avantageux. A titre d'exemple de tels tensioactifs, on peut citer le produit de condensation du n-nonylphénol avec 10 moles d'oxyde d'éthylène;

- le produit de condensation d'un acide gras de préférence en  $C_8-C_{22}$  avec un oxyde d'alkylène en  $C_2-C_3$ , par exemple l'oxyde d'éthylène ou l'oxyde de propylène ou un mélange d'oxyde d'éthylène et d'oxyde de propylène dans des  
25 proportions quelconques. Ces produits de condensation présentent une chaîne alkoxylée au niveau de la fonction hydroxyle du groupe carboxylique. Des tensioactifs préférés de ce groupe sont les produits de condensation obtenus à partir de l'acide ricinoléique avec 10 moles d'oxyde d'éthylène.

30 Des exemples de tensioactifs anioniques utilisables selon l'invention sont notamment :

- les sels hydrosolubles d'alkylsulfates à longue chaîne, et notamment les sels hydrosolubles de  $(C_8-C_{24})$ alkylsulfates, tels que les laurylsulfates de métaux alcalins et plus particulièrement le laurylsulfate de sodium; et

- les sels hydrosolubles d'alkylarylsulfonates et notamment les sels hydrosolubles de  $(C_8-C_{24})$ alkyl- $(C_6-C_{10})$ arylsulfonates, tels que les dodécylbenzènesulfonates de métaux alcalins et plus particulièrement le dodécylbenzènesulfonate de sodium.

5 L'invention n'est cependant pas limitée à l'utilisation de ces tensioactifs particuliers.

Les solvants pouvant être utilisés dans la composition traitante sont notamment choisis parmi les alcools aliphatiques en  $C_1-C_{12}$ , les glycols et les esters alkylques d'acides carboxyliques.

10 Plus précisément, les glycols désignent, dans le cadre de l'invention, les alkylèneglycols et les polyalkylèneglycols.

On entend par alkylèneglycol, les alcools dihydroxylés dérivés d'hydrocarbures aliphatiques par remplacement de deux atomes d'hydrogène avec deux groupes hydroxyle. On préfère les  $(C_2-C_6)$  alkylèneglycol tels que  
15 l'éthylèneglycol et le propylèneglycol.

On entend par polyalkylèneglycol, les composés de formule  
 $HO-(C_pH_{2p}O)_n-H$

où p et n sont des entiers compris entre 2 et 6.

A titre d'exemple, on peut citer le dipropylèneglycol.

20 Selon l'invention le groupe  $C_pH_{2p}O$  est linéaire ou ramifié. Le polyalkylèneglycol préféré selon l'invention est le dipropylèneglycol.

Les esters alkylques d'acides carboxyliques préférés sont les esters d'alkyle en  $(C_1-C_6)$  d'acide  $(C_1-C_6)$ alcanoïque tel que l'acétate de butyle.

La formulation de la composition traitante dépend de la méthode utilisée  
25 pour son application sur les tubercules et les bulbes et de la nature des produits traités.

De manière générale, la teneur en chaque ingrédient est calculée de façon à obtenir une solution, aqueuse ou non aqueuse, dispersable dans l'eau.

→ Lorsque la composition traitante est appliquée par thermonébulisation,  
30 elle contient de préférence de 15 à 100% en poids dudit principe actif.

Un premier mode de réalisation préféré de l'invention consiste à utiliser une composition traitante comprenant de 80 à 100% en poids de principe actif, mieux encore de 90 à 100% et notamment de 95 à 100%. Dans ce cas particulier de réalisation, le principe actif est l'eugénol, l'isoeugénol ou un mélange de ces

composés, la fonction hydroxy de ces composés étant préférablement sous forme libre, et non salifiée.

Un second mode de réalisation préféré consiste à utiliser une composition traitante contenant de 15 à 80% en poids de principe actif, mieux encore de 25 à 60%.

Lorsqu'il est présent, l'agent réduisant l'évaporation représente de 0 à 10% en poids, de préférence entre 1 et 10% en poids, de la composition traitante.

Une composition traitante type (composition préférée a) utilisable en vue d'une thermonébulisation comprend, en pourcentage en poids :

- de 15 à 80% de principe actif;
- de 0 à 10% d'un ou plusieurs agents réduisant l'évaporation;
- de 10 à 85% d'un tensioactif choisi parmi les tensioactifs anioniques, les tensioactifs non ioniques et leurs mélanges; et

- de 0 à 80% d'un solvant choisi parmi l'eau, les (C<sub>1</sub>-C<sub>6</sub>)alcanols, les (C<sub>2</sub>-C<sub>6</sub>)alkylèneglycol, les poly(C<sub>2</sub>-C<sub>6</sub>)alkylèneglycol, les esters (C<sub>1</sub>-C<sub>6</sub>)alkyliques d'acides (C<sub>1</sub>-C<sub>6</sub>)alcanoïque et leurs mélanges.

Une autre composition traitante préférée pour thermonébulisation (composition préférée b) comprend en pourcentage en poids :

- de 25 à 60% de principe actif;
- de 1 à 8% d'un ou plusieurs agents réduisant l'évaporation;
- de 25 à 60% d'un tensioactif tel que défini pour a ; et
- de 0 à 30% dudit solvant.

Une autre composition traitante préférée pour thermonébulisation (composition préférée c) comprend en pourcentage en poids :

- de 80 à 100% de principe actif ;
- de 0 à 15% (de préférence de 3 à 15 %) d'un tensioactif tel que défini pour a ;
- de 0 à 15% (de préférence de 3 à 15%) d'un solvant tel que défini ci-dessus pour a, et préférablement choisi parmi un alcanol, un ester d'acide alcanoïque et leurs mélanges.

On notera par ailleurs que le solvant peut comprendre ou être constitué d'une cétone aliphatique, par exemple en C<sub>3</sub>-C<sub>10</sub>

De manière préférée, le tensioactif des compositions a, b et c est un tensioactif non ionique.

L'un des avantages associé à ces compositions est leur forte teneur en principe actif.

Toutefois, bien que cela ne corresponde pas à un mode de réalisation préféré de l'invention, il est possible d'appliquer par thermonébulisation les compositions préférées décrites ci-dessus après leur dispersion ou mise en solution dans de l'eau pour un traitement efficace des fruits et légumes.

→ Lorsque la composition traitante est appliquée par aspersion simple (c'est-à-dire par une méthode d'aspersion différant de la thermonébulisation) ou bien selon le procédé de la variante A, les compositions traitantes préférablement utilisées dans le cadre de l'invention sont obtenues simplement par dispersion ou mise en solution, dans de l'eau, des compositions préférées a et b décrites ci-dessus dans le cadre de la thermonébulisation. Notamment, on obtient des compositions traitantes appropriées par dispersion ou mise en solution, dans de l'eau, des compositions préférées a et b.

De manière générale, lors de la dispersion ou mise en solution dans de l'eau, on ajustera la quantité d'eau ajoutée à la composition de façon à ce que la teneur finale en principe actif de la composition traitante soit comprise entre 500 et 10 000 ppm en poids, mieux encore entre 1000 et 10 000 ppm en poids.

Lorsque la composition est appliquée par aspersion (mais non thermonébulisation), on préfère que l'ensemble du principe actif se trouve sous la forme de sel acceptable sur le plan alimentaire, par exemple sous la forme de sel de métal alcalin (sel d'eugénol, sel d'isoeugénol ou mélange de ces sels). Dans ce cas, la formulation de la composition traitante sera préférablement la suivante:

- 15 à 30% en poids de principe actif;
- 10 à 20% en poids de tensioactif (tensioactifs non ioniques, anioniques ou mélanges de ceux-ci);
- 50 à 80% en poids d'eau.

La composition traitante est préparée de façon conventionnelle en soi par simple mélange de ses constituants.

Lorsque la composition traitante comprend un sel acceptable sur le plan alimentaire, celui-ci peut être introduit dans la composition, lors de sa préparation, sous forme de sel ou bien sous forme neutre; dans cette dernière hypothèse, le sel est formé in situ par addition d'une base appropriée telle qu'un hydroxyde de métal alcalin (soude ou potasse).

La quantité de composition traitante devant être appliquée aux tubercules et bulbes dépend essentiellement de la méthode d'application sélectionnée.

Par thermonébulisation ou aspersion, on appliquera au total sur une période de six mois, de 100 à 200 g de principe actif par tonne de tubercules ou  
5 bulbes traités.

Lorsque la variante A décrite ci-dessus est utilisée pour l'application, la quantité résiduelle de principe actif restant sur les tubercules et les bulbes varie généralement après chaque application entre 0,4 et 20 g par tonne de tubercules ou bulbes traités.

10 Plus généralement, on ajustera la quantité appliquée de principe actif en fonction de la durée de stockage. L'eugénol et l'isoeugénol étant des produits odorants, il est préférable en effet qu'à l'issue du stockage, la majorité du principe actif se soit évaporée et ceci afin de ne pas altérer la valeur commerciale des tubercules et bulbes lors de leur mise sur le marché. La quantité de principe actif  
15 devant être appliquée dépend donc de la volatilité du principe actif et de la durée de stockage.

Le procédé de l'invention est particulièrement avantageux dans la mesure où il utilise un principe actif particulièrement efficace comme inhibiteur de la germination des tubercules des pommes de terre et des bulbes d'oignons.

20 Les variantes de mises en oeuvre spécifiquement décrites ci-dessus sont elles aussi particulièrement intéressantes dans la mesure où elles contribuent à améliorer l'efficacité du principe actif :

- soit en augmentant la pénétration du principe actif dans la couche superficielle des fruits et légumes (c'est le cas de la variante A);

- 25 - soit du fait d'une application répétée de la composition traitante sur les fruits et légumes (c'est le cas de la variante B et des méthodes générales d'aspersion);

- soit du fait de l'introduction dans la composition traitante d'agents réduisant la volatilité du principe actif;

- 30 - soit du fait de l'utilisation d'un sel acceptable sur le plan alimentaire de l'eugénol et/ou de l'isoeugénol.

L'invention concerne également l'utilisation d'une composition à base d'un principe actif choisi parmi l'eugénol, un sel de l'eugénol acceptable sur le plan alimentaire, l'isoeugénol, un sel de l'isoeugénol acceptable sur le plan alimentaire

et leurs mélanges pour le traitement antigerminatif de pommes de terre et d'oignons.

Les exemples suivants illustrent plus avant l'invention.

#### 5 Exemple 1

Les formulations 1.1 à 1.6 du tableau 1 ci-dessous sont conformes à l'invention. Elles comprennent toute l'eugénol comme principe actif. Ces formulations sont utilisables dans le procédé de l'invention par dispersion ou mise en solution dans l'eau.

10

TABLEAU 1

FORMULATION	EUGENOL	EMULSIFIANT	SOLVANT	AGENT REDUISANT L'EVAPORATION
1.1	35	50	dipropylène-glycol : 13,5	polyterpène: 1,5
1.2	55	38	O	ester de glycérol de la résine de pin: 7
1.3	40	30	éthanol : 25	gomme laque: 5
1.4	45	30	acétate de butyle : 20	lécithine : 5
1.5	50	45	O	huile siccatrice: 5
1.6	40	40	eau : 15	résine hydrosoluble: 5

Dans le tableau 1 sont rapportés les pourcentages en poids des différents constituants.

#### 15 Exemple 2

Cet exemple illustre des compositions aqueuses utilisables telles quelles dans le procédé de l'invention. Ces compositions aqueuses contiennent en tant que principe actif l'eugénol sous forme de sel de sodium. Le tableau 2 donne la formulation des compositions 2.1 à 2.3.

TABLEAU 2

EXEMPLE	EMULSIFIANT	EUGENOL	NaOH	eau
2.1	0	15	8	77
2.2	15	16	4	65
2.3	0	14	2,4	83,6

Dans le tableau 2 sont rapportés les pourcentages en poids des différents constituants.

### EXEMPLE 3

L'efficacité de l'eugénol et de l'isoeugénol dans le traitement antigerminatif de tubercules de pommes de terre a été évaluée et comparée à celle d'autres terpènes.

Les compositions suivantes ont été utilisées dans le cas de l'eucalyptol, de l'eugénol, de l'isoeugénol, du limonène, du safrol et du terpinéol :

- 60% en poids de terpène;
- 7% en poids d'un émulsifiant non-ionique;
- 33% en poids d'acétate de butyle.

Dans le cas de la L-carvone, la composition suivante a été mise en oeuvre :

- 30% en poids de L-carvone;
- 10% en poids d'éthanol;
- 5% en poids d'émulsifiant non-ionique;
- 20% en poids d'eau;
- 35% en poids de propylèneglycol.

Le chlorophénylcarbamate d'isopropyle (CIPC) est un composé utilisé dans la technique comme antigerminatif des tubercules de pommes de terre. Son activité a été comparée à celle de l'eugénol et de l'isoeugénol.

La composition à base de chlorophénylcarbamate d'isopropyle a la formulation suivante :

- 20% en poids de chlorophénylcarbamate d'isopropyle;
- 50% en poids de propylèneglycol;
- 10% en poids d'émulsifiant non ionique;

- 20% d'eau.

Chacune des compositions testées a été appliquée par  
thermonébulisation. La température en sortie de l'appareil de thermonébulisation  
était de 240°C sauf dans le cas des compositions à base de L-carvone et de  
5 CIPC où elle était de 180°C.

La quantité de composition devant être appliquée est calculée dans  
chaque cas de façon à obtenir une concentration équivalente de matière active  
sur les tubercules de pommes de terre.

On a procédé dans cet exemple à des applications répétées en  
10 suivant le protocole suivant :

- 45 g/tonne de tubercules en début de stockage;
- 15 g/tonne de tubercules tous les 20 jours;

de telle sorte qu'après 6 mois, 165 g de principe actif ont été appliqués par tonne  
de tubercules.

15 Pendant le stockage, les tubercules étaient conservés en chambre  
froide à une température de 8 à 9°C.

Les résultats obtenus après 5 mois sont rapportés au tableau 1.



TABLEAU 1

PRODUITS	Perte de poids des tubercules (%)	Tubercules non germés (%)	Tubercules au stade point blanc (%)	Tubercules avec germes <2mm (%)	Tubercules avec germes 2 à 5 mm (%)	Tubercules avec germes >5mm (%)	Tubercules avec germes >2mm (%)	Poids total des germes >2mm (g)
EUCALYPTOL	3,2	4,4	10,2	26,7	36,3	22,4	58,4	46,2
SAFROL	3,6	1,2	6,6	15,6	40,1	36,5	76,6	57,0
LIMONENE	4,5	0,5	1,2	1,5	8,7	88,1	96,8	283,8
EUGENOL	2,6	7,5	45,3	35,2	6,2	5,8	12,0	3,6
ISO-EUGENOL	2,7	6,2	22,6	56,8	10,6	3,8	14,4	8,5
L-CARVONE	3,3	4,0	8,7	32,3	28,8	26,2	55,0	42,0
TERPINEOL	3,8	4,8	2,4	22,2	46,1	24,5	70,6	55,3
CIPC	4,1	1,2	81,7	3,7	2,3	15,7	18	14,8
TEMOIN	5,4	0,0	0,0	0,0	0,0	100	100	436,3

Il résulte clairement du tableau 1 que :

- les pourcentages maximum de tubercules non germés sont obtenus dans le cas de l'eugénol et de l'isoeugénol;

- l'eugénol et l'isoeugénol sont les deux terpènes ayant conduit à un  
5 pourcentage très faible de germes d'une taille supérieure à 2 mm.

La supériorité de l'eugénol et de l'isoeugénol ne saurait donc être contestée.

### REVENDEICATIONS

1 - Procédé de traitement de bulbes et tubercules comprenant l'application auxdits bulbes et tubercules d'une composition traitante à base d'un principe actif choisi parmi l'eugénol, un sel de l'eugénol acceptable sur le plan alimentaire, l'isoeugénol, un sel de l'isoeugénol acceptable sur le plan alimentaire et leurs mélanges.

2 - Procédé de traitement selon la revendication 1, caractérisé en ce que le principe actif est l'eugénol, un sel de celui-ci acceptable sur le plan alimentaire ou un mélange de ceux-ci.

3 - Procédé de traitement selon la revendication 3, caractérisé en ce qu'il comprend les étapes consistant à :

- porter la composition traitante à une température de 40 à 60°C,
- soumettre, pendant au plus 10 minutes, lesdits bulbes et tubercules à un traitement par douchage avec ladite composition traitante ou par immersion dans ladite composition traitante, et ceci avant stockage des bulbes et tubercules.

4 - Procédé de traitement selon l'une quelconque des revendications 1 ou 2, caractérisé en ce que la composition traitante est appliquée par thermonébulisation sur les bulbes et tubercules, avant stockage desdits tubercules et bulbes.

5 - Procédé de traitement selon la revendication 4, caractérisé en ce que la température de sortie de l'appareil de thermonébulisation est de 150 à 260°C.

6 - Procédé de traitement selon l'une quelconque des revendications 1 ou 2, caractérisé en ce que la composition traitante est appliquée par aspersion auxdits bulbes et tubercules durant la période de conservation des bulbes et tubercules.

7 - Procédé de traitement selon l'une quelconque des revendications 4, 5 ou 6, caractérisé en ce que la composition traitante est appliquée en continue ou de façon répétée auxdits bulbes et tubercules.

8 - Procédé de traitement selon l'une quelconque des revendications précédentes, caractérisé en ce que ladite composition comprend un ou plusieurs agents réduisant l'évaporation dudit principe actif.

9 - Procédé de traitement selon la revendication 8, caractérisé en ce que les agents réduisant l'évaporation sont choisis parmi les polyterpènes dispersables dans l'eau; les esters de glycérol de la résine de pin; les gommes

laques; les lécithines; les huiles siccatives; l'alcool polyvinylique; la polyvinylpyrrolidone; les polyacrylates de métaux alcalins; et la gomme arabique.

10 - Procédé de traitement selon l'une quelconque des revendications 4 ou 5, caractérisé en ce que la composition traitante comprend de 15 à 100% dudit principe actif.

11 - Procédé de traitement selon la revendication 10, caractérisé en ce que la composition traitante comprend de 80 à 100% en poids dudit principe actif.

12 - Procédé de traitement selon la revendication 10, caractérisé en ce que la composition traitante comprend, en pourcentage en poids :

- de 25 à 60% dudit principe actif;
- de 1 à 8% d'un ou plusieurs agents réduisant l'évaporation;
- de 25 à 60% d'un tensioactif; et
- de 0 à 30% dudit solvant.

13 - Procédé de traitement selon l'une quelconque des revendications 3, et 6 à 7, caractérisé en ce que l'on utilise à titre de composition traitante une dispersion dans l'eau de la composition telle que définie à la revendication 12, la teneur en principe actif dans ladite dispersion étant comprise entre 500 et 10 000 ppm en poids.

14 - Procédé de traitement selon la revendication 6, caractérisé en ce que l'eugénol et l'isoeugénol sont sous la forme de sels de métal alcalin.

15 - Procédé de traitement selon la revendication 14, caractérisé en ce que la composition traitante comprend, en pourcentage en poids :

- de 15 à 30% dudit principe actif sous forme de sel;
- de 10 à 20% d'un tensioactif choisi parmi les tensioactifs anioniques, les tensioactifs non ioniques et leurs mélanges; et
- de 50 à 80% d'eau.

16 - Utilisation d'une composition à base d'un principe actif choisi parmi l'eugénol, un sel de l'eugénol acceptable sur le plan alimentaire, l'isoeugénol, un sel de l'isoeugénol acceptable sur le plan alimentaire et leurs mélanges pour le traitement antigerminatif de pommes de terre et d'oignons.

# INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International Application No

PCT/FR 99/03008

**A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER**  
IPC 7 A23B7/154

According to International Patent Classification (IPC) or to both national classification and IPC

**B. FIELDS SEARCHED**

Minimum documentation searched (classification system followed by classification symbols)

IPC 7 A23B A01N

Documentation searched other than minimum documentation to the extent that such documents are included in the fields searched

Electronic data base consulted during the international search (name of data base and, where practical, search terms used)

**C. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT**

Category *	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
X	US 5 129 951 A (VAUGHN STEVEN F ET AL) 14 July 1992 (1992-07-14) column 2, line 35 - line 64; examples ---	1,2,16
P,X	WO 99 00025 A (GEIS PHILIP ANTHONY ;TRINH TOAN (US); CHUNG ALEX HAEJOON (US); PRO) 7 January 1999 (1999-01-07) page 23 -page 26 page 39 -page 40; examples ---	1,2,16
A	US 5 679 351 A (WALTER JAMES FREDERIC ET AL) 21 October 1997 (1997-10-21) column 2, line 1 -column 3, line 33 claims; examples ---	1-16
A	US 3 518 096 A (LAYTON GROVER C) 30 June 1970 (1970-06-30) the whole document ---	1-16
-/--		

☒ Further documents are listed in the continuation of box C.

☒ Patent family members are listed in annex.

\* Special categories of cited documents :

"A" document defining the general state of the art which is not considered to be of particular relevance

"E" earlier document but published on or after the international filing date

"L" document which may throw doubts on priority claim(s) or which is cited to establish the publication date of another citation or other special reason (as specified)

"O" document referring to an oral disclosure, use, exhibition or other means

"P" document published prior to the international filing date but later than the priority date claimed

"T" later document published after the international filing date or priority date and not in conflict with the application but cited to understand the principle or theory underlying the invention

"X" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered novel or cannot be considered to involve an inventive step when the document is taken alone

"Y" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered to involve an inventive step when the document is combined with one or more other such documents, such combination being obvious to a person skilled in the art.

"&" document member of the same patent family

Date of the actual completion of the international search

21 February 2000

Date of mailing of the international search report

29/02/2000

Name and mailing address of the ISA

European Patent Office, P.B. 5818 Patentlaan 2  
NL - 2280 HV Rijswijk  
Tel. (+31-70) 340-2040, Tx. 31 651 epo nl,  
Fax: (+31-70) 340-3016

Authorized officer

Boddaert, P

# INTERNATIONAL SEARCH REPORT

Int'l. Application No  
PCT/FR 99/03008

**C.(Continuation) DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT**

Category *	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
A	EP 0 795 272 A (XEDA INTERNATIONAL) 17 September 1997 (1997-09-17) cited in the application page 2, line 1 -page 4, line 29; examples -----	1-16
A	EP 0 719 499 A (XEDA INTERNATIONAL) 3 July 1996 (1996-07-03) cited in the application the whole document -----	1-16
A	FR 2 733 393 A (XEDA INTERNATIONAL) 31 October 1996 (1996-10-31) cited in the application -----	
A	WO 92 10934 A (US GOVERNMENT) 9 July 1992 (1992-07-09) cited in the application -----	

# INTERNATIONAL SEARCH REPORT

Information on patent family members

International Application No

PCT/FR 99/03008

Patent document cited in search report	Publication date	Patent family member(s)	Publication date
US 5129951 A	14-07-1992	AU 2306892 A CA 2112245 A EP 0596907 A WO 9300008 A	25-01-1993 07-01-1993 18-05-1994 07-01-1993
WO 9900025 A	07-01-1999	AU 8169798 A AU 8169898 A WO 9900026 A	19-01-1999 19-01-1999 07-01-1999
US 5679351 A	21-10-1997	AU 6043696 A WO 9639846 A	30-12-1996 19-12-1996
US 3518096 A	30-06-1970	NONE	
EP 0795272 A	17-09-1997	FR 2745977 A US 5858436 A	19-09-1997 12-01-1999
EP 0719499 A	03-07-1996	FR 2728142 A	21-06-1996
FR 2733393 A	31-10-1996	NONE	
WO 9210934 A	09-07-1992	US 5139562 A AU 9158291 A	18-08-1992 22-07-1992

# RAPPORT DE RECHERCHE INTERNATIONALE

Den. .e internationale No

PCT/FR 99/03008

A. CLASSEMENT DE L'OBJET DE LA DEMANDE  
CIB 7 A23B7/154

Selon la classification internationale des brevets (CIB) ou à la fois selon la classification nationale et la CIB

B. DOMAINES SUR LESQUELS LA RECHERCHE A PORTE

Documentation minimale consultée (système de classification suivi des symboles de classement)

CIB 7 A23B A01N

Documentation consultée autre que la documentation minimale dans la mesure où ces documents relèvent des domaines sur lesquels a porté la recherche

Base de données électronique consultée au cours de la recherche internationale (nom de la base de données, et si réalisable, termes de recherche utilisés)

C. DOCUMENTS CONSIDERES COMME PERTINENTS

Catégorie *	Identification des documents cités, avec, le cas échéant, l'indication des passages pertinents	no. des revendications visées
X	US 5 129 951 A (VAUGHN STEVEN F ET AL) 14 juillet 1992 (1992-07-14) colonne 2, ligne 35 - ligne 64; exemples	1,2,16
P,X	WO 99 00025 A (GEIS PHILIP ANTHONY ; TRINH TOAN (US); CHUNG ALEX HAEJOON (US); PRO) 7 janvier 1999 (1999-01-07) page 23 -page 26 page 39 -page 40; exemples	1,2,16
A	US 5 679 351 A (WALTER JAMES FREDERIC ET AL) 21 octobre 1997 (1997-10-21) colonne 2, ligne 1 -colonne 3, ligne 33 revendications; exemples	1-16
A	US 3 518 096 A (LAYTON GROVER C) 30 juin 1970 (1970-06-30) le document en entier	1-16
-/-		

☒ Voir la suite du cadre C pour la fin de la liste des documents

☒ Les documents de familles de brevets sont indiqués en annexe

\* Catégories spéciales de documents cités:

- "A" document définissant l'état général de la technique, non considéré comme particulièrement pertinent
- "E" document antérieur, mais publié à la date de dépôt international ou après cette date
- "L" document pouvant jeter un doute sur une revendication de priorité ou cité pour déterminer la date de publication d'une autre citation ou pour une raison spéciale (telle qu'indiquée)
- "O" document se référant à une divulgation orale, à un usage, à une exposition ou tous autres moyens
- "P" document publié avant la date de dépôt international, mais postérieurement à la date de priorité revendiquée

"T" document ultérieur publié après la date de dépôt international ou la date de priorité et n'appartenant pas à l'état de la technique pertinent, mais cité pour comprendre le principe ou la théorie constituant la base de l'invention

"X" document particulièrement pertinent; l'invention revendiquée ne peut être considérée comme nouvelle ou comme impliquant une activité inventive par rapport au document considéré isolément

"Y" document particulièrement pertinent; l'invention revendiquée ne peut être considérée comme impliquant une activité inventive lorsque le document est associé à un ou plusieurs autres documents de même nature, cette combinaison étant évidente pour une personne du métier

"Z" document qui fait partie de la même famille de brevets

Date à laquelle la recherche internationale a été effectivement achevée

21 février 2000

Date d'expédition du présent rapport de recherche internationale

29/02/2000

Nom et adresse postale de l'administration chargée de la recherche internationale

Office Européen des Brevets, P.B. 5818 Patentlaan 2  
NL - 2280 HV Rijswijk  
Tel. (+31-70) 340-2040, Tx. 31 651 epo nl,  
Fax: (+31-70) 340-3016

Fonctionnaire autorisé

Boddaert, P



# RAPPORT DE RECHERCHE INTERNATIONALE

Den .e Internationale No  
PCT/FR 99/03008

## C.(suite) DOCUMENTS CONSIDERES COMME PERTINENTS

Catégorie	Identification des documents cités, avec le cas échéant, l'indication des passages pertinents	no. des revendications visées
A	EP 0 795 272 A (XEDA INTERNATIONAL) 17 septembre 1997 (1997-09-17) cité dans la demande page 2, ligne 1 -page 4, ligne 29; exemples ----	1-16
A	EP 0 719 499 A (XEDA INTERNATIONAL) 3 juillet 1996 (1996-07-03) cité dans la demande le document en entier ----	1-16
A	FR 2 733 393 A (XEDA INTERNATIONAL) 31 octobre 1996 (1996-10-31) cité dans la demande ----	
A	WO 92 10934 A (US GOVERNMENT) 9 juillet 1992 (1992-07-09) cité dans la demande -----	

**This Page Blank (uspto)**

---

# RAPPORT DE RECHERCHE INTERNATIONALE

Renseignements relatifs aux membres de familles de brevets

Des le internationale No

PCT/FR 99/03008

Document brevet cité au rapport de recherche	Date de publication	Membre(s) de la famille de brevet(s)	Date de publication
US 5129951 A	14-07-1992	AU 2306892 A CA 2112245 A EP 0596907 A WO 9300008 A	25-01-1993 07-01-1993 18-05-1994 07-01-1993
WO 9900025 A	07-01-1999	AU 8169798 A AU 8169898 A WO 9900026 A	19-01-1999 19-01-1999 07-01-1999
US 5679351 A	21-10-1997	AU 6043696 A WO 9639846 A	30-12-1996 19-12-1996
US 3518096 A	30-06-1970	AUCUN	
EP 0795272 A	17-09-1997	FR 2745977 A US 5858436 A	19-09-1997 12-01-1999
EP 0719499 A	03-07-1996	FR 2728142 A	21-06-1996
FR 2733393 A	31-10-1996	AUCUN	
WO 9210934 A	09-07-1992	US 5139562 A AU 9158291 A	18-08-1992 22-07-1992

**This Page Blank (uspto)**

---